

(19) German Democratic Republic

Patent Disclosure

(11) 203 083

Int'l Cl.: 3(51) D 06 M 13/26
D 06 M 15/16

Office of Inventions and Patents

21) *File number:* WP D 06 M/ 2371 277

22) *Date of application:* 2/2/82

44) *Date of disclosure:* 10/12/83

71) See (72)

72) SIEGL, BRIGITTE, DIPL.-CHEM.; VORBACH, DIETER, DIPL.-PHYS.; WIESENER, ERNST, DR. RER. NAT.; TAEGER, EBERHARD, DR. RER. NAT. HABIL. DIPL.-CHEM.; GDR; SCHMUTZLER, FRIEDEMANN, DIPL.-CHEM.; RUDOLPH, AXEL, DR. RER. NAT. DIPL.-CHEM.; LOHAUSS, REINHARD, DIPL.-ING.; MIECK, KLAUS-PETER, DR.-ING.; GDR;

73) See (72)

74) VEB CHEMIEFASERKOMB. SCHWARZA "W. PIECK" 6822 RUDOLSTADT
BREITSCHIEDSTR. 103

54) Method for the production of permanent anti-electrostatic, flocked surface structures

57) The invention concerns a method for the production of flocked surface structures, which are especially used as floor covers, as furniture coverings, or also in the production of textiles for clothes. The goal and task of the invention is to produce flocked surface structures with permanent anti-electrostatic properties. Components such as quaternary ammonium salts of the phosphoric or sulfuric acid, or alkyl or aryl derivatives of said acids, alkyl alkyl-aryl, and aryl-sulfonate, fatty acid poly-glycol-ester, alkyl-poly-glycol-ether, and / or ethoxylated amines are added to the adhesive for this purpose, especially to a PVC adhesive. The effect can be reinforced by the use of permanent anti-electrostatic flock fibers and porous or needled substrate layers, which allow for connections to the conductive backside coating.

- 1 -

Title of the invention

Method for the production of permanent anti-electrostatic, flocked surface structures.

Application areas of the invention

This invention concerns a method for the production of flocked surface structures with permanent anti-electrostatic properties. These kinds of surface structures are especially used as floor covers, as furniture coverings, or also in the production of textiles for clothes.

Characteristics of the known technical solution

Various methods are known to provide surface structures, especially those made of synthetic fiber materials, with antistatic properties. For example, it is possible to avoid electrostatic charge phenomena on textile surface structures by surface treatment with anti-electrostatic surfactants (for example, see DT-OS 2 504 936; DT-OS 1 669 410). The disadvantage of this kind of method is, however, that the anti-electrostatic effect is not wash and cleaning resistant.

- 2 -

Other methods for the production of textile surface structures use endless threads, which possess permanent anti-electrostatic properties by incorporation of certain additives (for example, see DD-PS 129 922, DT-OS 2 109 030). However, this process method is ineffective for flocked textile surface structures since – although the required short fiber flocks are rendered electrically conductive by the incorporated additives – created electrical charges cannot be conducted due to the additives' incorporation into a non-conductive adhesive layer.

A method is also known to render the adhesive layer conductive by incorporation of soot and/or metal powder, or by conductive polymers (for example, see DD-PS 146 977). The disadvantages of this method, however, is in the discoloring of the adhesive layer, which negatively impacts the product's appearance and in the relatively high concentration of additives utilized, whereby the adhesive viscosity increases significantly and the adhesion between short-fiber flocks and adhesive decreases. The conductive polymers under consideration are thermally instable at the applicable gel temperatures and are furthermore insufficiently dispersible in polymeric PVC dispersions.

Goal of the invention

The goal of the invention is to produce a flocked surface structure with permanent anti-electrostatic properties.

A flocked surface structure shall be created with little technological effort, which is electrically conductive as much as possible through the flocked fibers, the adhesive layer, through the support material and the back coating.

- 3 -

Description of the basis of the invention

The invention has the task to utilize an adhesive with increased electrical conductivity for the production of flocked surface structures with permanent anti-electrostatic properties without reducing the adhesion of the flocked fibers in the adhesive, without discoloration, and without an unallowable viscosity increase of the adhesive.

The task is solved according to the invention by adding to the adhesive quaternary ammonium salts of the phosphoric or sulfuric acid, or alkyl or aryl derivatives of said acids, and/or alkyl alkyl-aryl, and aryl-sulfonate, and/or fatty acid poly-glycol-ester, and/or alkyl-poly-glycol-ether, and/or ethoxylated fatty amines in concentrations of 0.001 – 10.0 percent by weight, preferably 0.01 – 1.0 percent by weight relative to the total mass of adhesive.

These components or component mixtures are substances with anionic, cationic, or non-ionic, hydrophilic groups and hydrophobic alkyl or aryl rests, which are dissolved or finely dispersed in the adhesive.

It has been surprisingly found that the listed substances alone or in mixture provide excellent anti-electrostatic properties in flocked products at already very low concentrations in the adhesive, which is preferably a polymeric PVC dispersion, especially if connections are present through the porous or knitted substrate to the conductive backside coating. These properties remain even after washing and cleaning treatments.

- 4 -

The anti-electrostatic effect can be reinforced by already permanent anti-electrostatic flock fibers.

The invention shall be explained in more detail by application examples.

Application Example 1:

A polymeric PVC dispersion consisting of 68% PVC and 32% dioctylphthalate is mixed with 0.1% Volturin FA (salt of the mono-alkyl-sulfuric acid with triethonalamine) – relative to the total weight of the polymeric material – and homogenized by intensive mixing for 10 minutes at 20 – 30° C. This adhesive is applied with a coating bar at a layer thickness of 0.5 mm to the substrate material Florofol, flocked with short polyamide fibers, and cured in a hot air oven at temperatures between 145 – 160° C.

Application Example 2:

The same as in Application Example 1. 0.1% ethoxylated fatty amines (degree of ethoxylation = 100) are added – relative to the total mass of polymeric dispersion - during the production of the adhesive.

Application Example 3:

The same as in Application Example 1 and 2, only with the difference that 0.33% ethoxylated fatty amine (degree of ethoxylation = 20) is added to the polymeric dispersion.

- 5 -

Application Example 4:

0.08% Smotilon O (fatty acid poly-glycol-ester) – relative to the total mass of utilized polymeric dispersion – is dissolved in dioctylphthalate (about 5 g/l) and added as solution to the adhesive and mixed for 5 minutes. The adhesive is further processed according to the previous application examples.

Application Example 5:

0.2% of the sodium salt of stearic-sulfonic acid – relative to the total mass of polymeric PVC dispersion – is dispersed in dioctylphthalate (about 15 g/l), and afterwards mixed at constant agitation into the polymeric dispersion. The further processing of the modified adhesive occurs analogous to the application examples 1 – 3.

Application Example 6:

Analogous to Application Example 1. A polyester film is used as substrate in place of the Florofol. The product web is treated after the adhesive application before the gelation of the adhesive with a needle roll so that the still liquid adhesive reaches all the way to

the backside layer at the needlepoints. The flocking and curing of the adhesive occurs then as in Application Example 1.

- 6 -

Summary of all relevant test characteristics for the Application Examples 1 - 6

Modifier type and concentration (%)	Electrical resistance of a 0.5 mm thick adhesive film (Ohm) x_2		Volume potential of displayed product (kV)	Adhesive viscosity (s) x_3	Abrasion resistance acc. to STOLL (# of cycles)
	Before washing	After washing 10 min, 60°C			
Volturin FA; 0.1 x_1	$4.0 * 10^9$	$9.1 * 10^9$	0.8	820	91,500
Volturin FA; 0.1 ethoxyl. Fatty amine (100 EL); 0.1 x_1	$7.2 * 10^9$	$8.4 * 10^9$	1.1	700	76,000
Ethoxyl. fatty amine (20 EL); 0.33 x_1	$14.2 * 10^9$	$21 * 10^9$	1.45	900	47,000
Smotilon O; 0.08 x_1	$6.5 * 10^9$	$9.8 * 10^9$	1.34	880	98,000
Na-stearyl-sulfonate; 0.20 x_1	$9.8 * 10^8$	$31.4 * 10^9$	1.29	970	65,000
Without modifier; 0.1 x_1	$7.0 * 10^{11}$	10^{11}	4.3	1010	88,000
Volturin FA; 0.1 x_4	$56 * 10^9$	$58.8 * 10^9$	1.72	809	93,000
Volturin FA; 0.1 x_5	$12.2 * 10^9$	$19.4 * 10^9$	1.04	809	82,000

- 7 -

- x_1 with Florofol as substrate
- x_2 measurements performed at 65 % rel. humidity
- x_3 viscosity is measured at 20° C with a flow cup (6 mm nozzle) according to TGL 14301 and characterized by the discharge time (seconds)
- x_4 with polyester film without needling
- x_5 with needled polyester film

- 8 -

Patent Claims

1. Method for the production of permanent anti-electrostatic flocked surface structures by applying an adhesive to a substrate, afterwards flocking it with flock fibers made of synthetic polymers and treating it, whereby quaternary ammonium salts of the phosphoric or sulfuric acid, or alkyl or aryl derivatives of said acids, and/or alkyl alkyl-aryl, and aryl-sulfonates, and/or fatty acid poly-glycol-ester, and/or alkyl-poly-glycol-ether, and/or ethoxylated fatty amines are added to the adhesive in concentrations of 0.001 – 10.0 percent by mass, preferably 0.01 – 1.0 percent by mass relative to the total adhesive mass.
2. Method according to Item 1, whereby a polymeric PVC dispersion of PVC and dioctylphthalate is used as adhesive.
3. Method according to item 1 and 2, whereby a porous substrate is used, for example, a film-felt-fiber-knit material.

- 9 -

4. Method according to item 1 and 2, whereby a non-porous substrate such as a film, is mechanically pierced, preferably by needling.
5. Method according to item 1 and 2, whereby preferably permanent anti-electrostatic flock fibers are used.



Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes
zum Patentgesetz

ISSN 0433-6461

(11) 203 083

Int.Cl.³ 3(51) D 06 M 13/26
D 06 M 15/16

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

21) WP D 06 M/ 2371 277 (22) 02.02.82 (44) 12.10.83

- (71) siehe (72)
 (72) SIEGL, BRIGITTE, DIPL.-CHEM.; VORBACH, DIETER, DIPL.-PHYS.; WIESENER, ERNST, DR. RER. NAT.;
 TAEGER, EBERHARD, DR. RER. NAT. HABIL. DIPL.-CHEM.; DD;
 SCHMUTZLER, FRIEDEMANN, DIPL.-CHEM.; RUDOLPH, AXEL, DR. RER. NAT. DIPL.-CHEM.;
 LOHAUSS, REINHARD, DIPL.-ING.; MIECK, KLAUS-PETER, DR.-ING.; DD;
 (73) siehe (72)
 (74) VEB CHEMIEFASERKOMB. SCHWARZA "W. PIECK" 6822 RUDOLSTADT BREITSCHIEDSTR. 103

(54) VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG PERMANENT ANTIELEKTROSTATISCHER BEFLOCKTER FLÄCHENGEBILDE

(57) Die Erfindung beinhaltet ein Verfahren zur Herstellung von beflockten Flächengebilden, die insbesondere als Fußbodenbeläge, als Möbelbezugsstoffe oder auch zur Herstellung von Bekleidungstextilien verwendet werden. Ziel und Aufgabe der Erfindung ist es, beflockte Flächengebilde mit permanent antielektrostatischen Eigenschaften herzustellen. Dazu werden einem Kleber, insbesondere PVC-Kleber, Substanzen, wie quarternäre Ammoniumsalze der Phosphor- oder Schwefelsäure bzw. Alkyl- oder Arylderivate dieser Säuren, Alkyl-, Alkylaryl- und Arylsulfonate, Fettsäurepolyglykolester, Alkylpolyglykoläther und/oder äthoxylierte Amine zugesetzt. Die Wirkung kann durch Verwendung von permanent antielektrostatischen Flockfasern und poröse oder genadelte Trägerschichten, die zur leitfähigen Rückenbeschichtung Verbindungen zulassen, verstärkt werden.

- 1 - 237127 7

Titel der Erfindung

Verfahren zur Herstellung permanent antielektrostatischer
beflockter Flächengebilde

Anwendungsgebiet der Erfindung

Diese Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von beflockten Flächengebilden mit permanent antielektrostatischen Eigenschaften. Solche Flächengebilde werden insbesondere als Fußbodenbeläge aber auch als Möbelbezugsstoffe oder zur Herstellung von Bekleidungstextilien verwendet.

Charakteristik der bekannten technischen Lösung

Es sind verschiedene Verfahren bekannt, Flächengebilden, vor allem solchen aus synthetischen Faserstoffen, antielektrostatische Eigenschaften zu verleihen. So ist es zum Beispiel möglich, durch Oberflächenbehandlung mit antielektrostatischen Tensiden elektrostatische Aufladungserscheinungen an textilen Flächengebilden zu vermeiden (z.B. DT-OS 2 504 936; DT-OS 1 669 410). Der Nachteil eines solchen Verfahrens besteht jedoch darin, daß der antielektrostatische Effekt nicht wasch- und reinigungsbeständig ist.

- 2 -

-2 FEB 1982*987452

Andere Verfahren verwenden zur Herstellung textiler Flächengebilde Endlosfäden, welche durch Einlagerung bestimmter Additive permanent antielektrostatische Eigenschaften besitzen (z.B. DD-PS 129 922, DT-OS 2 109 030). Für beflockte textile Flächengebilde ist dieses Verfahrensprinzip jedoch wirkungslos, da die benötigten Flock-Kurzfasern durch die angelagerten Additive zwar elektrisch leitfähig sind, aufgrund ihrer Einbettung in eine nichtleitende Kleberschicht entstehende elektrische Ladungen jedoch nicht weiterleiten können.

Bekannt ist auch ein Verfahren, die Kleberschicht durch Einlagerung von Ruß und/oder Metallpulvern oder von Konduktivpolymeren leitfähig zu machen (z.B. DD-PS 146 977). Die Nachteile dieses Verfahrens bestehen jedoch in der Verfärbung der Kleberschicht, wodurch das Warenbild negativ beeinflußt wird, und in der relativ hohen Einsatzkonzentration dieser Zusätze, wodurch die Kleberviskosität zu stark ansteigt und die Haftung zwischen Flockkurzfaser und Kleber vermindert wird. Die in Frage kommenden Konduktivpolymere sind bei den anzuwendenden Geliertemperaturen thermisch instabil und lassen sich außerdem nur ungenügend in PVC-Plastisolen dispergieren.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, beflockte Flächengebilde mit permanent antielektrostatischen Eigenschaften herzustellen.

Mit geringem technologischen Aufwand soll ein weitestgehend durchgängig über die Flockfasern, die Kleberschicht, durch das Trägermaterial und die Rückenbeschichtung elektrisch leitfähiges beflocktes Flächengebilde geschaffen werden.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Die Erfindung hat die Aufgabe, zur Herstellung von beflockten Flächengebilden mit permanent antielektrostatischem Charakter einen Kleber mit erhöhter elektrischer Leitfähigkeit einzusetzen, ohne daß eine Minderung der Haftkraft der Flockfasern im Kleber, eine Verfärbung und unzulässige Viskositätserhöhung des Klebers eintritt.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß dem Kleber quarternäre Ammoniumsalze der Phosphorsäure oder Schwefelsäure beziehungsweise Alkyl- oder Arylderivate dieser Säuren und/oder Alkyl-, Alkylaryl- oder Arylsulfonate und/oder Fettsäurepolyglykolester und/oder Alkylpolyglykoläther und/oder äthoxylierte Fettamine in Konzentrationen von 0,001 - 10,0 Masseprozent, vorzugsweise von 0,01 - 1,0 Masseprozent, bezogen auf die Gesamtmasse des Klebers, zugesetzt werden.

Diese Stoffe oder Stoffgemische sind Substanzen mit anionischen, kationischen oder nichtionogenen hydrophilen Gruppen und hydrophoben Alkyl- oder Arylresten, die im Kleber gelöst oder fein dispergiert werden.

Es wurde überraschend gefunden, daß die genannten Substanzen allein oder in Mischung bereits in sehr geringen Konzentrationen im Kleber, der vorzugsweise ein PVC-Plastisol aus PVC und Dioctylphthalat ist, bei beflockten Erzeugnissen gute antielektrostatische Eigenschaften hervorrufen, besonders, wenn durch poröse oder genadelte Trägerschichten Verbindungen mit der leitfähigen Rückenbeschichtung vorhanden sind. Diese Eigenschaften bleiben auch nach Wasch- und Reinigungsbehandlungen erhalten.

Der antielektrostatische Effekt kann durch Verwendung bereits permanent antielektrostatischer Flockfasern verstärkt werden.

Die Erfindung soll an Ausführungsbeispielen näher erläutert werden.

Ausführungsbeispiel 1:

PVC-Plastisol, bestehend aus 68 % PVC und 32 % Dioctylphthalat, wird mit 0,1 % Volturin FA (Salz der Monoalkyl-Schwefelsäure mit Triäthanolamin) - bezogen auf die Gesamtplastisolmasse - versetzt und durch 10 Minuten intensiven Rührens bei 20 - 30 °C homogenisiert. Dieser Kleber wird über ein Rakel in einer Schichtdicke von 0,5 mm auf das Trägermaterial Florofol aufgetragen, mit Polyamid-Kurzfaser beflockt und in einem Heißlufttrockner bei Temperaturen zwischen 145 - 160 °C gehärtet.

Ausführungsbeispiel 2:

Wie Ausführungsbeispiel 1. Bei der Kleberherstellung werden zusätzlich 0,1 % äthoxyliertes Fettamin (Äthoxylierungsgrad = 100) - bezogen auf die Gesamtplastisolmasse - dem Kleber zugemischt.

Ausführungsbeispiel 3:

Wie die Ausführungsbeispiele 1 und 2 nur mit dem Unterschied, daß als Modifizierungsmittel 0,33 % äthoxyliertes Fettamin (Äthoxylierungsgrad = 20) dem Plastisol zugesetzt werden.

Ausführungsbeispiel 4:

0,08 % Smotilon O (Fettsäurepolyglykolester) - bezogen auf die Gesamtmasse des vorgelegten Plastisols - werden in Dioctylphthalat aufgelöst (ca. 5 g/l) und als Lösung dem Kleber zugemischt und 5 Minuten verrührt. Die Weiterbehandlung des Klebers erfolgt entsprechend den vorangegangenen Ausführungsbeispielen.

Ausführungsbeispiel 5:

0,20 % des Natriumsalzes der Stearinsulfonsäure - bezogen auf die Gesamtmasse des PVC-Plastisols - werden in der Wärme in Dioctylphthalat dispergiert (ca. 15 g/l) und anschließend unter ständigem Rühren mit dem Plastisol vermischt. Die weitere Verarbeitung des modifizierten Klebers erfolgt analog den Anwendungsbeispielen 1 - 3.

Ausführungsbeispiel 6:

Analog Ausführungsbeispiel 1. Anstelle des Florofols wird eine Polyesterfolie als Trägermaterial verwendet. Nach dem Kleberauftrag wird vor dem Gelieren des Klebers die Warenbahn mit einer Nadelwalze behandelt, so daß der noch flüssige Kleber an den Nadelstellen bis in die Rückenschicht gelangt. Die Beflockung und Härtung des Klebers erfolgt dann wie im Ausführungsbeispiel 1.

Zusammenstellung aller relevanten Prüfmerkmale für die Anwendungsbeispiele 1 - 6

Modifikatorart und -konzentration (%)	Elektrischer Widerstand einer 0,5 mm dicken Kleberfolie (Ω) $\times 2$	v.d.Wäsche n.d.Wä. 10^{60^0}	Körperpotential an Auslegeware (kV)	Kleberviskosität (s) $\times 3$	Abriebfestigkeit nach STOLL (Zyklenzahl)
Volturin FA 0,1 \times_1	4,0 $\times 10^9$	9,1 $\times 10^9$	0,8	820	91 500
Volturin FA 0,1 Äthox. Fettamin (100 ÄO) 0,1 \times_1	7,2 $\times 10^9$	8,4 $\times 10^9$	1,1	700	76 000
Äthox. Fettamin (20 ÄO) 0,33 \times_1	14,2 $\times 10^9$	21 $\times 10^9$	1,45	900	47 000
Smotilon 0 0,08 \times_1	6,5 $\times 10^9$	9,8 $\times 10^9$	1,34	880	98 000
Na-Stearylsulfonat 0,20 \times_1	9,8 $\times 10^8$	31,4 $\times 10^9$	1,29	970	65 000
ohne Modifikator \times_1	7,0 $\times 10^{11}$	10^{11}	4,3	1010	88 000
Volturin FA 0,1 \times_4	56 $\times 10^9$	58,8 $\times 10^9$	1,72	809	93 000
Volturin FA 0,1 \times_5	12,2 $\times 10^9$	19,4 $\times 10^9$	1,04	809	82 000

- x_1 mit Florofol als Trägermaterial
- x_2 Messungen erfolgten bei 65 % rel. Luftfeuchtigkeit
- x_3 Viskosität wird bei 20 °C mit einem Auslaufbecher (6 mm-Düse) nach TGL 14301 gemessen und durch die Auslaufzeit (Sekunden) charakterisiert
- x_4 mit Polyesterfolie ohne Vernadelung
- x_5 mit vernadelter Polyesterfolie

Erfindungsanspruch

1. Verfahren zur Herstellung permanent antielektrostatischer beflockter Flächengebilde indem auf ein Trägermaterial ein Kleber aufgetragen, anschließend mit Flockfasern aus synthetischen Polymeren beflockt und nachbehandelt wird, gekennzeichnet dadurch, daß dem Kleber quarternäre Ammoniumsalze der Phosphorsäure oder Schwefelsäure beziehungsweise Alkyl- oder Arylderivate dieser Säuren und/oder Alkyl-, Alkylaryl- oder Arylsulfonate und/oder Fettsäurepolyglykolester und/oder Alkylpolyglykoläther und/oder äthoxylierte Fettamine in Konzentrationen von 0,001 - 10,0 Masseprozent, vorzugsweise von 0,01 - 1,0 Masseprozent, bezogen auf die Gesamtklebermasse, zugesetzt werden.
2. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß als Kleber ein PVC-Plastisol aus PVC und Dioctylphthalat verwendet wird.
3. Verfahren nach Punkt 1 und 2, gekennzeichnet dadurch, daß ein poröses Trägermaterial, beispielsweise Folievlies-Faden-Nähgewirke, eingesetzt wird.

4. Verfahren nach Punkt 1 und 2, gekennzeichnet dadurch, daß nichtporöse Trägermaterialien, wie beispielsweise Folie, mechanisch, vorzugsweise durch Vernadeln, durchbrochen werden.
5. Verfahren nach Punkt 1 und 2, gekennzeichnet dadurch, daß vorzugsweise permanent antielektrostatische Flockfasern verwendet werden.